



F. BOINEAU

Mise en œuvre de la méthode d'expansion continue pour le raccordement en basse pression absolue de 1×10^{-6} Pa à 1×10^{-3} Pa

Implementation of the continuous expansion method for absolute low pressure traceability from 1×10^{-6} Pa to 1×10^{-3} Pa

Frédéric BOINEAU, Julien GUILLOU et Mark PLIMMER

Laboratoire commun de métrologie LNE-CNAM (LCM), LNE, 1 Rue Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15, France, frederic.boineau@lne.fr.

Résumé

La mise en œuvre de la méthode de référence dite de l'expansion continue a pour but d'améliorer la traçabilité et l'incertitude des mesures de pression absolue entre 1×10^{-6} Pa et 1×10^{-3} Pa. La réduction d'un facteur 2 des meilleures possibilités d'étalonnage, soit une incertitude relative ($k = 2$) de 2,5 % sur la pression de référence, est un objectif tangible. Cet article décrit l'étude de l'expansion continue menée au LNE-LCM et dresse un bilan d'incertitude détaillé.

MOTS CLÉS : VIDE, MÉTROLOGIE, EXPANSION CONTINUE, FLUXMÈTRE GAZEUX À PRESSION CONSTANTE.

Abstract

The continuous expansion method is applied to reference standards of absolute pressure with the aim of improving traceability and reducing uncertainty in the range 1×10^{-6} Pa to 1×10^{-3} Pa. It is a realistic goal to reduce the relative uncertainty by a factor of two down to 2.5% ($k = 2$). This article describes a study of the method carried out at LNE-LCM. It includes a detailed uncertainty budget.

KEY WORDS: VACUUM, METROLOGY, CONTINUOUS EXPANSION, CONSTANT PRESSURE FLOWMETER.

1. Introduction

L'application d'une force F sur une surface S définit une pression $P = F/S$; la mise en œuvre de cette définition à l'aide d'un ensemble piston-cylindre permet de matérialiser la pression de manière primaire dans de

nombreux laboratoires nationaux de métrologie, avec cependant une limite pour les basses pressions, autour de quelques Pascals. La traçabilité pour les basses pressions absolues (domaine communément appelé « le vide »), typiquement au-dessous de 10 Pa, est alors assurée par des méthodes de référence dites d'expansion, statique ou dynamique, pour lesquelles une « basse pression » après détente est déterminée à partir d'une « haute pression » connue et suivant un principe physique décrit par K. Jousten [1]. Pour l'expansion statique, un petit volume dans lequel on mesure la « haute pression » initiale est connecté à un grand volume dont la pression, au préalable, est nulle. Après expansion du gaz dans l'ensemble formé par ces deux volumes, la « basse pression », finale, est calculée à l'aide de la loi des gaz parfaits à partir des valeurs de la « haute pression » et des volumes respectifs.

Dans la méthode d'expansion continue, le gaz circule d'un réservoir à « haute pression » vers une pompe à vide. Deux conductances (ou réductions mécaniques sur le passage du gaz) placées entre le réservoir et la pompe détendent le gaz en mode dynamique. La « basse pression » après expansion est calculée à partir de la « haute pression » et des valeurs des deux conductances. Le défi est de connaître cette valeur de basse pression.

L'article décrit la mise en œuvre de cette méthode au LNE-LCM, pour le raccordement des pressions absolues entre 1×10^{-6} Pa et 1×10^{-3} Pa, avec comme objectif une incertitude de mesure relative élargie ($k = 2$) de 2,5 %.

Nous expliquons comment s'inscrit le besoin d'utiliser la méthode d'expansion continue à partir du contexte de la traçabilité des basses pressions absolues actuellement en place. Nous présentons ensuite la particularité de la mise en œuvre au LNE-LCM par rapport à l'état de l'art, notamment avec l'utilisation d'une conductance non calculable. L'incertitude associée à la pression de référence définie par l'expansion continue est calculée, enfin l'étalonnage d'un manomètre à ionisation permet de situer la traçabilité actuelle par rapport à la méthode de référence d'expansion continue.

2. Contexte

La traçabilité actuelle au LNE-LCM repose sur des manomètres à ionisation de type cathode chaude, étalonnés par comparaison aux manomètres à bille tournante entre 10^{-4} Pa et 10^{-3} Pa, dont le signal corrigé linéairement est extrapolé jusqu'à 10^{-6} Pa. Les incertitudes d'étalonnage possibles ou « *Calibration and Measurement Capabilities* » (CMC) enregistrées dans la base du Bureau international des poids et mesures (BIPM) sont de : $(5,0 \times 10^{-2} \times p_r + 1 \times 10^{-7})$ Pa (où p_r est la pression de référence exprimée en pascal). Elles sont établies à partir des performances de linéarité des étalons et il s'avère que ce critère est très variable d'un manomètre à ionisation à l'autre. Une comparaison circulaire entre trois manomètres à ionisation de référence, spécialement sélectionnés pour leur qualité métrologique, permet de déterminer périodiquement ces erreurs de linéarité entre 10^{-6} Pa et 10^{-3} Pa, qui peuvent se dégrader dans le temps.

La mesure de pression par la méthode d'expansion continue doit non seulement permettre l'amélioration des incertitudes d'étalonnage pour les basses pressions absolues mais aussi la pérennisation de ces incertitudes.

En 1998, le département « Masse et grandeurs dérivées » du LNE s'est doté d'une enceinte pour la mise en œuvre de cette méthode. Une pré-étude en 2002 [2] avait conclu à la faisabilité du projet moyennant la conception d'un fluxmètre gazeux à pression constante [3]. Cet équipement réalisé et caractérisé en 2010 a permis de débiter l'étude de l'expansion continue à la fin de 2011 [4].

Les CMC de quelques laboratoires nationaux de métrologie sont reportées dans le tableau 1, en fonction du domaine de pression absolue [5], pour lesquelles la méthode de raccordement est l'expansion continue (sauf pour le LNE-LCM). Certains de ces laboratoires ont de meilleures possibilités que celles annoncées mais ils n'ont pu les valider par manque de comparaisons interlaboratoires (en partie à cause du manque de stabilité des étalons de transfert qui sont des manomètres à ionisation de type cathode chaude).

Les instruments étalonnés dans ce domaine de pression (manomètres à ionisation) sont sensibles à la nature du gaz. Les CMC mentionnées ne s'appliquent que pour un nombre limité de gaz purs qui présentent un intérêt pour l'industrie ou la recherche. Le gaz de référence pour les manomètres à vide est l'azote. Le LNE-LCM n'a publié que des CMC pour de l'azote et la méthode

Tableau 1

Exemples de CMC pour les basses pressions absolues [5].

Laboratoire	Pression absolue p (Pa)	CMC (en Pa, avec p exprimée en Pa)
NIST (États-Unis)	de 1×10^{-7} à 3×10^{-6}	$1,2 \times 10^{-2} \times p$ $+ 5 \times 10^{-10}$
	de 3×10^{-6} à 9×10^{-5}	$4,8 \times 10^{-3} \times p$ $+ 2 \times 10^{-8}$
	de 9×10^{-5} à 3×10^{-3}	$4,2 \times 10^{-3} \times p$ $+ 7 \times 10^{-8}$
PTB (Allemagne)	de 1×10^{-9} à 1×10^{-7}	de $3,0 \times 10^{-2} \times p$ à $3,0 \times 10^{-1} \times p$
	de 1×10^{-7} à 2×10^{-2}	de $6,6 \times 10^{-3} \times p$ à $3,0 \times 10^{-2} \times p$
KRISS (Corée du Sud)	de 5×10^{-7} à 1×10^{-3}	de $1,0 \times 10^{-2} \times p$ à $6,0 \times 10^{-2} \times p$
INRIM (Italie)	de 1×10^{-6} à 9×10^{-4}	$5,0 \times 10^{-2} \times p$
LCM-LNE (France)	de 1×10^{-6} à 1×10^{-3}	$5,0 \times 10^{-2} \times p$ $+ 1 \times 10^{-7}$

d'expansion continue n'a pour le moment été étudiée que pour ce gaz.

3. État de l'art

3.1. Notions théoriques

Quelques préalables théoriques sont nécessaires à la compréhension de la méthode de l'expansion continue, notamment les notions de flux gazeux, de conductance et de vitesse de pompage.

3.1.1. Flux gazeux

Le flux gazeux à pression-volume unitaire Q est donné par la variation de l'énergie (pV) d'un gaz dans l'intervalle de temps δt , à la température T :

$$Q = \frac{\delta(pV)}{\delta t} \quad (1)$$

Pour un gaz parfait, il est aisé d'exprimer Q en fonction du flux gazeux molaire $Q_m = \delta n / \delta t$ qui représente le nombre de molécules de gaz δn traversant une surface donnée pendant le temps δt :

$$Q = Q_m \times RT, \quad (2)$$

où R est la constante molaire des gaz.

Le flux gazeux Q quantifie donc bien un débit massique de gaz, à condition de préciser la température T à laquelle on le mesure.

3.1.2. Conductance

La conductance d'une canalisation, ou portion de canalisation, quantifie le freinage apporté par cette canalisation au passage du gaz. La figure 1 donne une illustration

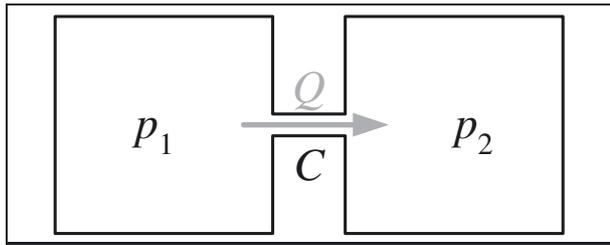


Fig. 1. – Génération d'un flux gazeux Q dans une canalisation de conductance C située entre deux volumes aux pressions p_1 et p_2 constantes.

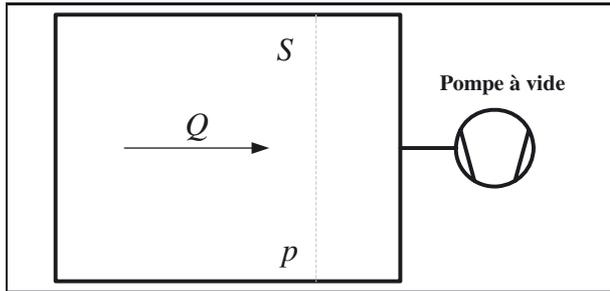


Fig. 2. – Pompage d'un flux gazeux Q dans une enceinte à vide. Sur une section perpendiculaire à la direction de pompage (traits pointillés), le produit de la pression p et du débit volumique S est égal au flux gazeux Q .

de cette notion : dans les deux volumes maintenus respectivement aux pressions p_1 et p_2 ($p_1 > p_2$), le morceau de canalisation de conductance C a pour effet de produire un flux gazeux Q donné par l'expression :

$$Q = C \cdot (p_1 - p_2). \quad (3)$$

Dans l'expérience de l'expansion continue, le flux de gaz Q est fixé et la conductance C est assimilable à une petite ouverture dont la taille impose la chute de pression ($p_1 - p_2$). La valeur de la conductance, exprimée en $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, croît généralement avec la pression existant au niveau de la canalisation. Cependant, lorsque le régime d'écoulement du gaz est moléculaire (le libre parcours moyen des molécules est grand devant la dimension caractéristique de la canalisation.), la conductance ne dépend plus que de la géométrie de la canalisation et de la masse molaire du gaz. La méthode de l'expansion continue met à profit cette propriété.

3.1.3. Débit volumique de pompage

Dans une installation en pompage, il est possible de relier le débit volumique de pompage, ou vitesse de pompage S , sur une section donnée à la pression en cette section et le flux gazeux Q constant dans l'installation (fig. 2). Nous avons :

$$Q = pS. \quad (4)$$

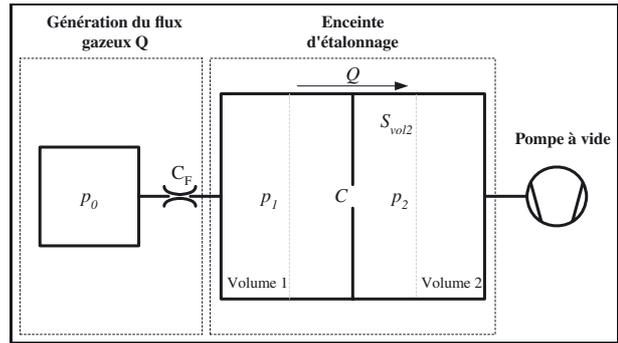


Fig. 3. – Schéma de principe de la méthode d'expansion continue (ou expansion dynamique).

3.2. Principe de l'expansion continue

L'expansion continue est la méthode utilisée par les laboratoires nationaux de métrologie pour le raccordement des pressions absolues inférieures à 10^{-3} Pa. Le schéma de principe [6] est donné dans la figure 3. Les volumes de l'enceinte d'étalonnage sont de forme cylindrique ou sphérique.

Le gaz d'étalonnage pompé en continu est détendu successivement à travers deux conductances C_F et C ($C_F \ll C$) de p_0 à p_1 , puis de p_1 à p_2 ; la « haute pression p_0 » est maintenue constante. Lorsque le flux gazeux Q est établi, les pressions p_1 et p_2 sont constantes : il s'agit d'un équilibre de pression dynamique. Dans des conditions isothermes (conservation du flux gazeux Q), nous avons, d'après les équations (3) et (4) :

$$(p_0 - p_1) \cdot C_F = (p_1 - p_2) \cdot C = p_2 \cdot S_{vol2} = Q, \quad (5)$$

en particulier :

$$p_2 = \frac{Q}{S_{vol2}}. \quad (6)$$

D'après l'équation (5), avec p_1 et p_2 négligeables devant respectivement p_0 et p_1 , nous pouvons déduire la « basse pression » p_1 à partir de la « haute pression » p_0 et des valeurs des deux conductances C_F et C . Dans la pratique, C_F est dépendante de la pression donc inaccessible par le calcul ou la mesure. Il sera donc indispensable de connaître le flux gazeux Q ainsi que le rapport entre les pressions p_1 et p_2 .

Le régime d'écoulement du gaz à travers la conductance C est moléculaire pour des pressions inférieures à 0,1 Pa, compte tenu de l'ordre de grandeur de la taille de celle-ci (équivalente à un disque de diamètre de 1 cm environ). Dans ces conditions, la conductance C ainsi que le rapport de pressions $R_p = p_1/p_2$ sont constants et indépendants de la pression. Finalement, la pression de référence p_{r1} au niveau du Volume 1 d'après l'équation (5) et l'expression de R_p est :

$$p_{r1} = \left(\frac{R_p}{R_p - 1} \right) \frac{Q}{C}. \quad (7)$$

L'équation (7) est généralement utilisée pour définir la pression de référence dans le Volume 1 par la méthode

de l'expansion continue [7]. Cependant, il est également possible de la définir dans le *Volume 2* :

$$p_{r2} = \left(\frac{1}{R_p - 1} \right) \frac{Q}{C}. \quad (8)$$

La pression de référence dépend donc du flux gazeux Q , de la conductance C et du rapport de pression R_p mesuré pour des pressions p_1 et p_2 supérieures à 10^{-3} Pa. Les mesures de Q et de C , correspondant à l'état de l'art, sont détaillées dans les paragraphes 3.3 et 3.4.

3.3. Conductance fixe

L'état de l'art préconise une conductance fixe C placée dans l'axe de symétrie introduction-pompage du gaz, dont la géométrie est simple pour faciliter le calcul de la valeur de C . Dans les publications scientifiques, on peut trouver le calcul de conductances en régime moléculaire pour des canalisations de différentes géométries basiques [8] ; en particulier, la conductance C_{dia} d'un diaphragme de section A est donnée par l'expression (9) :

$$C_{dia} = A \cdot \sqrt{\frac{RT}{2\pi M}}, \quad (9)$$

avec M la masse molaire du gaz considéré.

Même si les géométries utilisées ne sont pas exactement des diaphragmes (auquel cas, l'épaisseur du diaphragme et la probabilité de transmission des particules à travers la surface sont à considérer), l'incertitude relative ($k = 2$) sur le calcul d'une conductance à partir des mesures géométriques de la section A est généralement de l'ordre de quelques 10^{-3} .

3.4. Fluxmètre gazeux à pression constante

Il est nécessaire de connaître avec la meilleure exactitude possible le flux gazeux Q introduit dans l'enceinte d'étalonnage pour calculer la pression de référence à l'aide des équations (7) et (8). Les laboratoires nationaux en métrologie du vide utilisent généralement un fluxmètre gazeux à pression constante. Le volume à la pression p_0 (fig. 3) correspond au volume de mesure du fluxmètre gazeux. Une conductance C_F placée entre la sortie de ce volume et l'entrée du *Volume 1* permet de générer le flux gazeux adéquat en faisant varier p_0 ; dans ce montage $C_F \ll C$; ce qui implique $p_1 \ll p_0$. Le flux gazeux généré est donc d'après l'équation (3) :

$$Q = C_F \cdot p_0. \quad (10)$$

Le principe de la mesure de Q (détaillé au § 4.3) est de diminuer le volume de mesure du fluxmètre gazeux d'une quantité δV pendant le temps δt , pour compenser la quantité de gaz qui s'écoule dans l'enceinte d'étalonnage afin de maintenir la pression p_0 constante. Le flux gazeux est donné par la mesure de $\delta V/\delta t$ et de p_0 , d'après l'équation (1) :

$$Q = p_0 \cdot \frac{\delta V}{\delta t}. \quad (11)$$

4. Mise en œuvre de l'expansion continue au LCM

L'objectif initial de la réalisation de l'enceinte d'étalonnage n'est pas uniquement la mise en œuvre de l'expansion continue, mais aussi la réalisation des étalonnages en pression statique. Pour cette raison, les préconisations de l'état de l'art n'ont pas été scrupuleusement respectées, en particulier la conductance C n'est pas fixe.

4.1. Montage expérimental avec conductance variable

Le schéma du montage expérimental est donné en figure 4. L'enceinte a été développée en 1998 par le constructeur RIBER, à partir d'un cahier des charges fourni par le Département « Masse et grandeurs dérivées » du LNE. Elle se compose d'un volume supérieur (*Volume 1*) de diamètre 400 mm et d'un volume inférieur (*Volume 2*) de diamètre 200 mm entre lesquels est placée une vanne à conductance variable V_{CV} , qui est une vanne à tiroir RIBER type VME CFØ200 (voir fig. 5). La solution d'une conductance variable avait été adoptée pour effectuer des étalonnages par comparaison en équilibre de pression dynamique (vanne V_{CV} complètement ouverte) mais également en pression statique dans le *Volume 1* de l'enceinte ; dans ce cas, la vanne à tiroir est refermée pour isoler le *Volume 1* du pompage. Pour l'expérience de l'expansion continue, la vanne V_{CV} est positionnée sur une petite ouverture, configuration illustrée en figure 5.

Le *Volume 1* est muni de six piquages de type DN 40 CF (raccord spécifique pour joint métallique en cuivre) à la même hauteur, répartis régulièrement autour du cylindre. Le *Volume 2* possède deux piquages du même type. Le gaz (azote) est introduit par un tube coudé à 90° qui vient s'aligner sur l'axe de symétrie de l'enceinte afin de répartir le gaz uniformément sur les six piquages et assurer ainsi l'équipression lors d'un équilibre dynamique (uniquement si la vanne V_{CV} est complètement ouverte, pour les étalonnages par comparaison sur le *Volume 1*). Le flux gazeux Q est généré à l'aide d'une vanne de micro-fuite Granville Phillips type 203 (réglage de la valeur de la conductance C_F) connectée au volume de mesure du fluxmètre gazeux à la pression p_0 .

La forme de la surface de conduction en croissant de lune (fig. 5) rendrait, en dehors de toute autre considération, le calcul analytique de C_v très complexe. La prise en compte des autres particularités de la vanne à conductance variable, comme la rainure de guidage, le joint d'étanchéité sur la périphérie du tiroir, etc., conduirait à une incertitude sur la valeur calculée de la conductance trop élevée pour que la mise en œuvre de l'expansion continue présente un intérêt. La conductance doit donc être déterminée à partir des mesures des pressions p_1 et p_2 supérieures à 10^{-3} Pa. D'après l'équation (4) :

$$C_v = \frac{Q}{p_1 - p_2}. \quad (12)$$

L'axe de symétrie introduction-pompage du gaz correspond à l'axe de symétrie de l'enceinte d'étalonnage

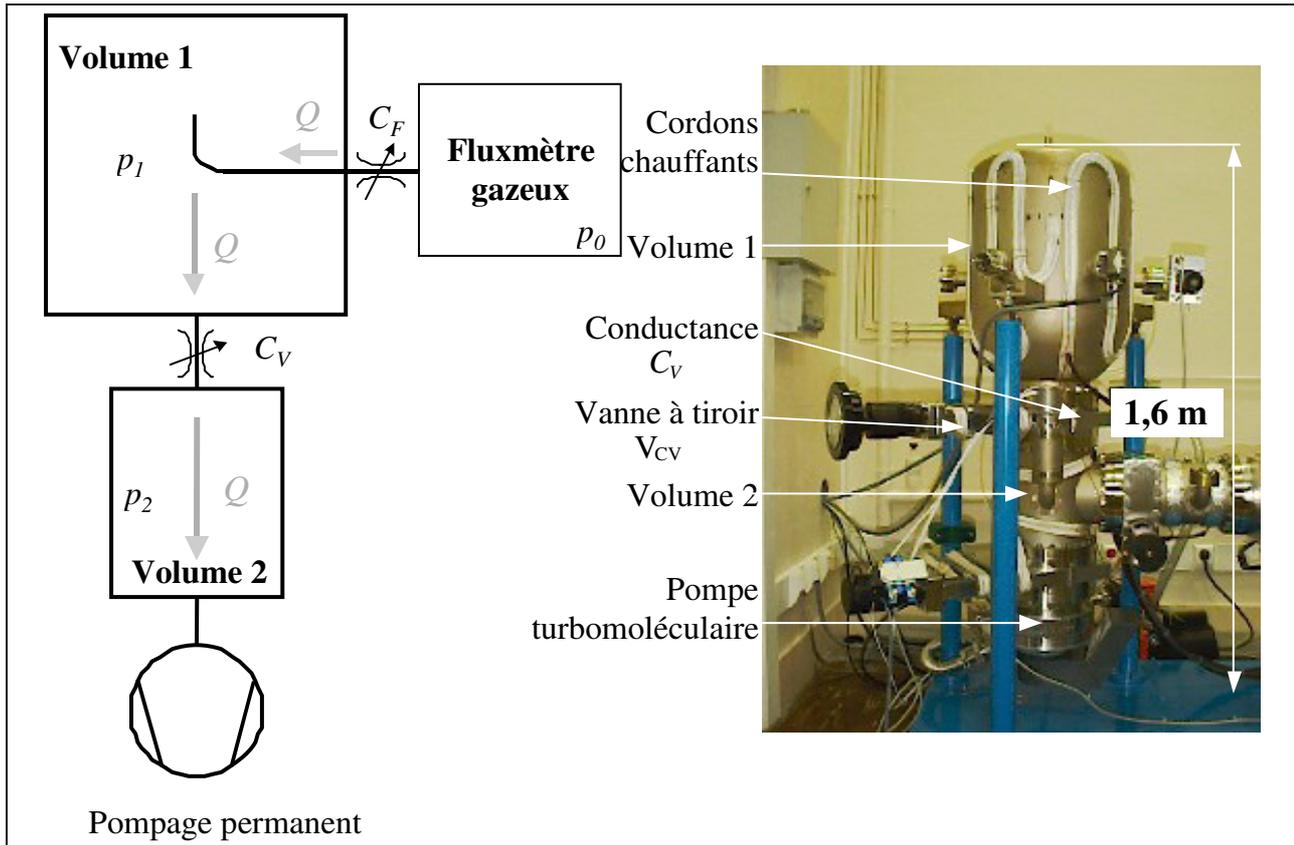


Fig. 4. – Montage expérimental pour la mise en œuvre de l’expansion continue avec, à droite, une photographie de l’enceinte d’étalonnage (sans le fluxmètre gazeux).

(cf. fig. 3). Dans le montage expérimental, la surface de conduction est décentrée par rapport à cet axe (fig. 6). La valeur de conductance C_v n’est donc pas identique entre n’importe quel piquage du *Volume 1* et du *Volume 2*, ce qui devra être pris en compte en cas d’étalonnage de plusieurs manomètres montés sur les différents piquages.

4.2. Mise en œuvre du fluxmètre à pression constante

Depuis la conception du fluxmètre gazeux à pression constante en 2010, des améliorations ont été apportées notamment grâce à l’ajout d’un caisson d’isolation thermique [3, 9]. Une étude complémentaire portant sur la mesure des flux gazeux à la pression atmosphérique [10] a permis un affinement de sa caractérisation métrologique. L’incertitude relative élargie ($k = 2$) sur Q estimée initialement autour de 1,3 % a pu être divisée d’un facteur 2 pour ce projet (tab. 3).

Le principe de mesure de Q est le suivant (fig. 7) : la pression dans le volume de mesure p_m est mesurée par un manomètre de pression différentielle de type capacitif identifié CDG R-M dont le port de référence est connecté à un volume de référence à la pression $p_r = p_0$ (mesurée par un manomètre absolu d’étendue adéquate). Le gaz s’échappant dans le *Volume 1* de l’enceinte d’étalonnage (fig. 4) a pour effet de diminuer la pression p_m , initialement égale à p_0 . Le dispositif de variation de volume, composé d’un piston cylindrique de surface S_{pist} couplé

mécaniquement à un moteur pas à pas, est actionné en fonction du signal Δp du manomètre CDG R-M, de façon à réduire le volume de mesure. Tant que $\Delta p (= p_m - p_0)$ est supérieur à $(-1 \times 10^{-3} \times p_0)$, le piston est immobile. Lorsque cette valeur est atteinte, le piston est translaté à une vitesse v constante telle que Δp augmente jusqu’au seuil supérieur de $(+1 \times 10^{-3} \times p_0)$ pour laquelle le piston est alors stoppé. Cette régulation en dents de scie est illustrée en figure 8. À chaque instant, la position x du piston est mesurée. Lorsque le cycle de mesures est terminé, deux instants t_1 et t_2 pour lesquels $\Delta p = 0$, piston immobile, sont repérés. Ils correspondent à deux positions du piston x_1 et x_2 . Sur cet intervalle de temps, la pression dans le volume de mesure est en moyenne égale à p_0 et la variation de volume ΔV est :

$$\Delta V = S_{pist} \cdot (x_2 - x_1). \quad (13)$$

D’après les équations (11) et (13), le flux gazeux Q est donné par :

$$Q = p_0 \cdot S_{pist} \cdot \frac{x_2 - x_1}{t_2 - t_1}. \quad (14)$$

L’ordre de grandeur des paramètres du fluxmètre gazeux est détaillé dans le tableau 2. Les seuils de régulation du signal Δp sont définis à $(\pm 1 \times 10^{-3} \times p_0)$ pour l’étalonnage des manomètres avec la méthode de l’expansion continue, soit une variation des pressions p_1 et p_2 dans

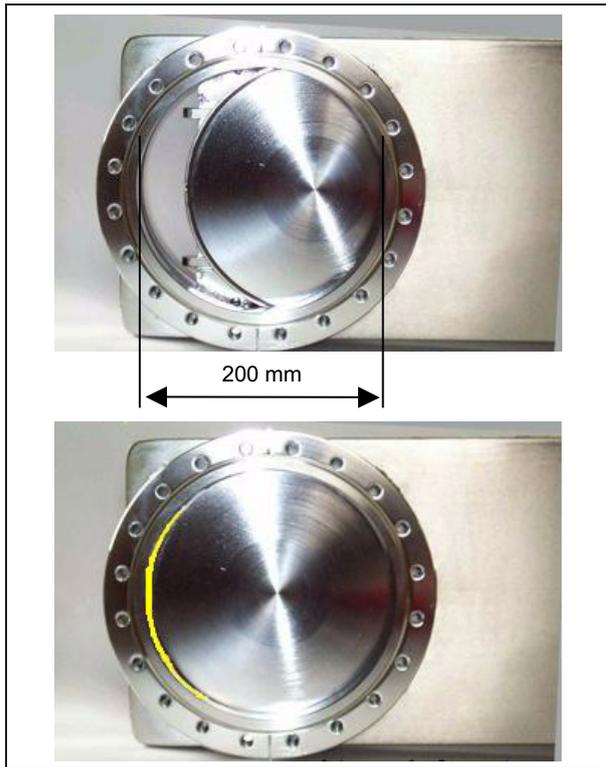


Fig. 5. – Photographies de la vanne à tiroir V_{CV} pour deux ouvertures ; lors de la mise en œuvre de l’expansion continue, la surface de conduction est plus petite que celle de la photographie du bas.

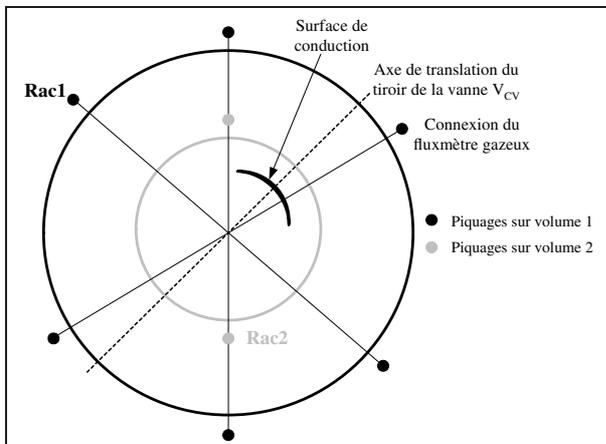


Fig. 6. – Localisation en vue de dessus de la surface de conduction entre le *Volume 1* (en noir) et le *Volume 2* (en gris) avec positions respectives des piquages de connexion. L’axe de symétrie de l’enceinte d’étalonnage correspond au centre des deux cercles. Les piquages Rac1 et Rac2 sont ceux utilisés pour la mise en œuvre de l’expansion continue.

les mêmes proportions relatives (cf. Éq. (4)) ; ce qui correspond à la meilleure résolution des manomètres à ionisation de type cathode chaude (de 0,01 par décade).

4.3. Mode opératoire de l’étalonnage par expansion continue

Les pressions p_1 et p_2 dans l’enceinte sont établies à partir de la valeur assignée au flux gazeux Q (cf.

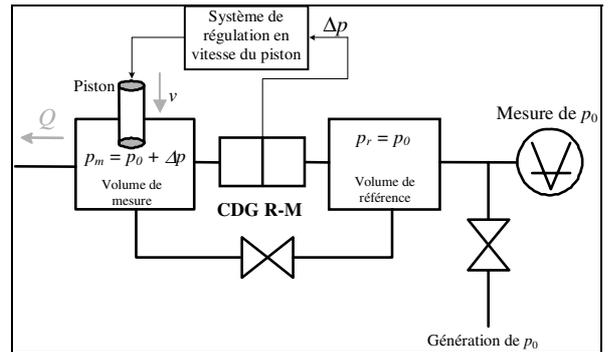


Fig. 7. – Schéma de principe du fluxmètre gazeux à pression constante.

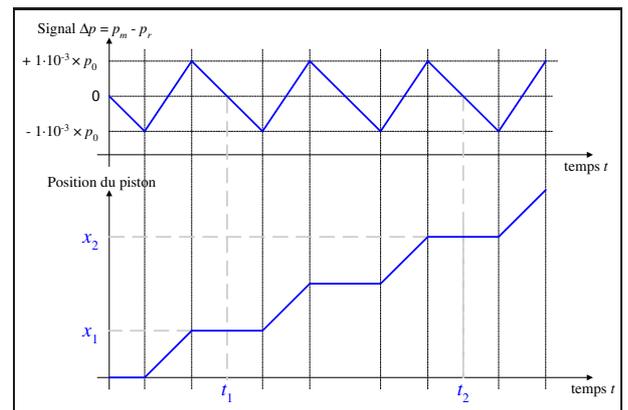


Fig. 8. – Régulation de la pression en « dents de scie » dans la chambre de mesure à partir du signal Δp et position du piston correspondante.

Tableau 2

Paramètres associés au fluxmètre gazeux à pression constante.

Gamme de mesure		$1 \times 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1} < Q < 1 \times 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$
Pression p_0		$50 \text{ Pa} < p_0 < 130 \text{ kPa}$
Piston	Surface	2 pistons $\varnothing 5 \text{ mm}$ et $\varnothing 20 \text{ mm}$
	Vitesse de déplacement	$2 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1} < v < 100 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
	Course maximum	23 mm
Volume de la chambre de mesure		45 cm^3 ou 164 cm^3

réglage de Q au § 4.1) et de la vitesse de pompage S_{vol2} . Cette dernière, considérée constante pour les pressions de travail, avait été déterminée lors de la pré-étude de l’expansion continue [2] à $S_{vol2} = 0,53 \text{ m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ pour de l’azote.

La spécificité de l’utilisation d’une conductance variable impose de déterminer *ex ante* le rapport de pression R_p et la valeur de C_v (Éq. (8)). Cette opération est effectuée par des mesures de pressions (p_1 et p_2) et du flux gazeux Q (Éq. (12)). Les mesures de pressions sont réalisées à l’aide de manomètres à bille tournante (désignés en métrologie des pressions par l’acronyme SRG,

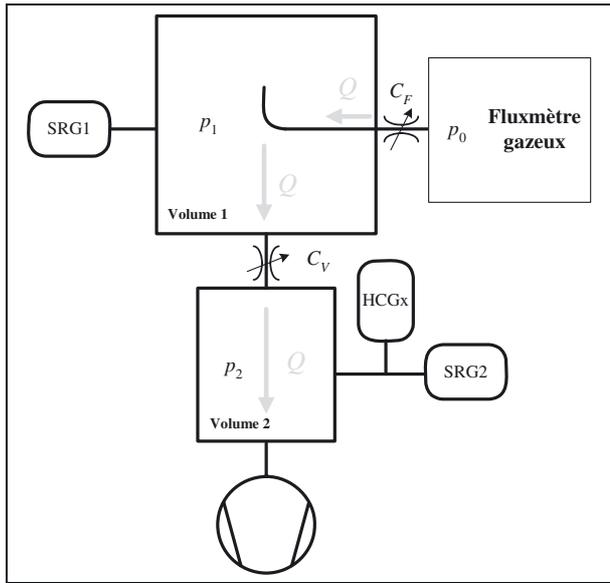


Fig. 9. – Étalonage d'un manomètre à ionisation HCGx connecté au Volume 2.

pour *spinning rotor gauge*). La gamme de mesure de ces manomètres est la suivante :

$$1 \times 10^{-3} \text{ Pa} < p_2 < p_1 < 1 \text{ Pa.}$$

Le montage pour l'étalonnage d'un manomètre à ionisation de type cathode chaude (ou HCG pour *hot cathode gauge*) est décrit en figure 9. Le manomètre à étalonner, identifié HCGx, est connecté avec le manomètre à bille tournante de référence SRG2. Le manomètre de référence SRG1 et l'ensemble SRG2/HCGx sont connectés respectivement aux piquages Rac1 et Rac2 (cf. fig. 6). L'enceinte d'étalonnage est laissée en pompage et étuvée, à une température de 100 °C environ pendant une semaine pour que la pression limite p_2 atteinte soit inférieure à 2×10^{-7} Pa. La vanne de conductance variable V_{CV} est réglée de manière à obtenir un rapport de pressions R_p compris entre 80 et 100.

Sur une même journée, des paliers de pression p_{2i} sont réalisés entre 4×10^{-7} Pa et 5×10^{-3} Pa (le flux gazeux correspondant est Q_i), par pression croissante. On appelle p_{SRG1i} et p_{SRG2i} les mesures des pressions par les manomètres de référence SRG1 et SRG2 respectivement et HCGxi l'indication du manomètre à étalonner. Les lectures des instruments sont synchronisées avec la mesure du flux gazeux entre les temps t_1 et t_2 , d'après le suivi en temps réel du signal Δp (cf. fig. 8).

Le processus d'un cycle d'étalonnage en quatre étapes est décrit en figure 10.

L'étape 1 comprend la réalisation des paliers de mesure p_{2i} de 4×10^{-7} Pa à 1×10^{-3} Pa et l'étape 2 de quatre paliers de mesure p_{2i} de 2×10^{-3} Pa à 5×10^{-3} Pa. À partir des mesures de pressions de référence des manomètres à bille tournante p_{SRG1i} et p_{SRG2i} , les valeurs de la conductance C_{vi} et du rapport de pression R_{pi} sont calculées à l'étape 3. Les moyennes de la conductance et du rapport

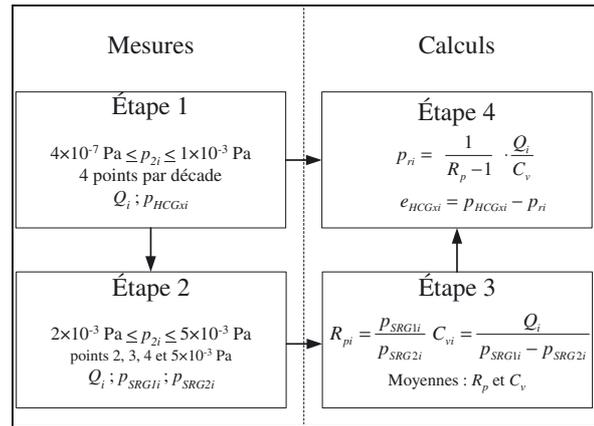


Fig. 10. – Diagramme des mesures et calculs pour un cycle d'étalonnage par expansion continue ; l'indice i désigne un palier de pression.

de pressions sont calculées telles que :

$$C_v = \frac{1}{4} \sum_i C_{vi}, \quad (15)$$

$$R_p = \frac{1}{4} \sum_i R_{pi}. \quad (16)$$

Enfin, à l'étape 4, la pression de référence p_{ri} est calculée entre 4×10^{-7} Pa et 1×10^{-3} Pa d'après l'équation (8), ainsi que les écarts d'étalonnage e_{HCGxi} .

5. Qualification métrologique de la conductance variable

On obtient la valeur de la conductance C_v en fermant la vanne à tiroir V_{CV} de manière à générer un rapport de pressions R_p entre 80 et 100, préconisé par la pré-étude [2]. La fermeture de V_{CV} (fig. 5) est commandée par rotation d'une molette avec vernier dont le positionnement est, comme pour la vanne de micro-fuite C_F , repéré par un codeur angulaire optique. Les deux aspects de la qualification de la conductance sont la répétabilité de la détermination de C_v pour différents paliers de pression (p_2 entre 2×10^{-3} et 5×10^{-3} Pa), d'une part, et la stabilité de C_v sur plusieurs jours pour un positionnement donné, d'autre part.

5.1. Détermination de la conductance variable en fonction de la pression

Si l'on se reporte à la description de la figure 10, la conductance C_v est déterminée de la façon suivante : réalisation des quatre points d'étalonnage p_{2i} de l'étape 2, puis calcul de la conductance C_{vi} en chaque point à l'étape 3. La répétabilité constatée sur les valeurs C_{vi} , et ce pour différents rapports de pression expérimentés, est de l'ordre de 0,35 % en valeur relative.

5.2. Stabilité de la conductance dans le temps

L'étalonnage d'un manomètre à ionisation est effectué en trois cycles et peut donc durer plusieurs jours. Il est

$$\frac{U(Q_{Cv})}{Q_{Cv}} = 2 \sqrt{\left(\frac{u(p_0)}{p_0}\right)^2 + \left(\frac{u(S_{pist})}{S_{pist}}\right)^2 + \left(\frac{u(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1}\right)^2 + \left(\frac{u(t_2 - t_1)}{t_2 - t_1}\right)^2 + \left(\frac{u(T)}{T}\right)^2 + \left(\frac{u(T_{Cv})}{T_{Cv}}\right)^2 + \left(\frac{u(Q_{th})}{Q_{th}}\right)^2} + \varepsilon(Q_{pe}) \quad (18)$$

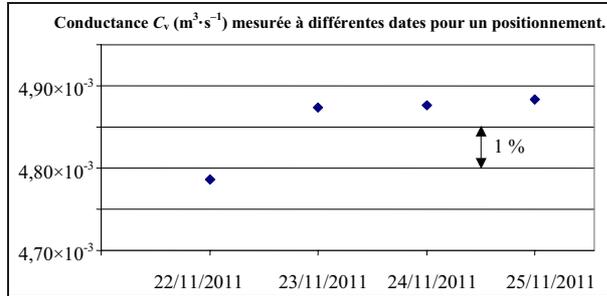


Fig. 11. – Mesure de la conductance C_v sur quatre jours pour un positionnement fixé.

souhaitable de s'assurer de la stabilité de la valeur de C_v pendant cette période. La mesure de la conductance C_v sur quatre jours consécutifs est reportée sur la figure 11 pour un rapport R_p de l'ordre de 100. Le premier jour est la date du positionnement de la vanne. Si l'on excepte cette première mesure, la reproductibilité court terme observée sur la mesure de C_v est de l'ordre de 0,35 % en valeur relative. Des mesures complémentaires effectuées pour d'autres rapport de pressions confirment cette valeur.

6. Bilan d'incertitude

Les grandeurs mesurées dans cet article couvrent une large étendue, de trois à cinq décades. Pour une compréhension plus aisée, les formules présentées ont été calculées sur la base d'incertitudes relatives à partir de la loi de propagation des variances.

6.1. Mesure du flux gazeux

De l'équation (6), nous pouvons calculer la gamme théorique de Q pour des pressions p_2 comprises entre 4×10^{-7} et 5×10^{-3} Pa à partir de la vitesse de pompage S_{vol2} : Q est compris entre $2,1 \times 10^{-7}$ Pa·m³·s⁻¹ et $2,6 \times 10^{-3}$ Pa·m³·s⁻¹.

Le flux gazeux Q est mesuré en sortie du fluxmètre à une température T_F . La conductance C_v que nous souhaitons mesurer est à une température T_{Cv} légèrement différente. En vertu de la conservation du débit massique ou molaire et d'après l'équation (2), le flux gazeux Q_{Cv} à hauteur de cette conductance est donc :

$$Q_{Cv} = Q \cdot \frac{T_{Cv}}{T_F} \quad (17)$$

À partir des équations (14) et (17), nous déduisons l'incertitude relative sur Q_{Cv} (composantes considérées indépendantes) :

voir equation (18) ci-dessus.

Tableau 3

Incertitude relative élargie ($k = 2$) sur Q_{Cv} .

Gamme du flux gazeux Q_{Cv} (en Pa·m ³ ·s ⁻¹)	Incertitude relative $U(Q_{Cv})/Q_{Cv}$
$2 \times 10^{-7} < Q_{Cv} < 2 \times 10^{-4}$	$5,3 \times 10^{-3}$
$2 \times 10^{-4} < Q_{Cv} < 3 \times 10^{-3}$	$4,0 \times 10^{-3}$

Les composantes d'incertitude sont détaillées dans l'étude initiale [10]. L'incertitude relative sur le flux gazeux thermique parasite Q_{th} a été considérablement réduite par l'ajout d'un caisson d'isolation autour des volumes du fluxmètre [9], de $6,4 \times 10^{-3}$ à $1,0 \times 10^{-3}$. Les défauts d'étanchéité du passage des pistons à l'intérieur du volume de mesure se traduisent par un autre flux gazeux parasite Q_{pe} dont la contribution $\varepsilon(Q_{pe})$ est considérée comme une correction non appliquée est inférieure à $2,0 \times 10^{-3} \times Q_{Cv}$. Enfin, l'incertitude type sur la température T_{Cv} , mesurée à l'aide d'un capteur de type Pt 100 est estimée à 0,2 K, soit $6,8 \times 10^{-4} \times T_{Cv}$. La répétabilité sur la mesure de Q_{Cv} n'est pas considérée car elle est comprise dans la répétabilité lors de l'étalonnage du manomètre HCGx.

L'incertitude finale sur Q_{Cv} , dans les conditions expérimentales, est donnée dans le tableau 3.

6.2. Mesure de la conductance variable

D'après l'équation (12), l'incertitude type relative sur la conductance C_v est donnée par :

$$\left(\frac{u(C_v)}{C_v}\right)^2 = \left(\frac{u(Q_{Cv})}{Q_{Cv}}\right)^2 + \left(\frac{u(p_1)}{p_1 - p_2}\right)^2 + \left(\frac{u(p_2)}{p_1 - p_2}\right)^2 - 2 \times \frac{u(p_1) \cdot u(p_2)}{(p_1 - p_2)^2} \times \rho(p_1; p_2) \quad (19)$$

L'incertitude sur le flux gazeux Q_{Cv} est présentée au paragraphe 6.1. Pour simplifier le calcul, nous la majorons à :

$$u(Q_{Cv})/Q_{Cv} = 2,6 \times 10^{-3}.$$

Les pressions p_1 et p_2 sont mesurées avec les manomètres à bille tournante SRG1 et SRG2 dont les incertitudes type d'utilisation sont identiques : $u(p_1) (=u(p_2)) = 3,5 \times 10^{-6}$ Pa + $2,5 \times 10^{-3} \times p_1$.

Le raccordement métrologique de ces manomètres est effectué à l'aide d'un même manomètre à membrane capacitive. Le coefficient de corrélation entre p_1 et p_2 , $\rho(p_1; p_2)$ est pris égal à l'unité.

La conductance est calculée à chaque cycle. Nous tenons compte de la répétabilité de la mesure de C_V , soit 0,35 % en valeur relative (cf. § 5.1).

Le calcul de l'incertitude en chaque point de pression compris entre $2,0 \times 10^{-3}$ et $5,0 \times 10^{-3}$ Pa conduit à une incertitude élargie ($k = 2$) sur la conductance estimée à :

$$U_{Cv} = 1,0 \times 10^{-2} \times C_v. \quad (20)$$

6.3. Mesure du rapport de pressions

L'incertitude type relative sur le rapport de pressions $R_p = p_1/p_2$ est calculée par l'expression :

$$\begin{aligned} \left(\frac{u(R_p)}{R_p} \right)^2 &= \left(\frac{u(p_1)}{p_1} \right)^2 + \left(\frac{u(p_2)}{p_2} \right)^2 - 2 \times \frac{u(p_1)}{p_1} \\ &\times \frac{u(p_2)}{p_2} \times \rho(p_1; p_2), \end{aligned} \quad (21)$$

avec $u(p_1) = u(p_2)$ et $\rho(p_1; p_2) = 1$ (cf. § 2.5).

Finalement, l'incertitude sur le rapport de pression est uniquement d'origine statistique. Elle est obtenue à partir de la répétabilité que nous avons constatée sur les nombreuses séries de mesures, soit à $k = 2$:

$$U(R_p) = 8,0 \times 10^{-3} \times R_p. \quad (22)$$

6.4. Pression résiduelle

La mise en œuvre de l'expansion continue entre 10^{-6} Pa et 10^{-3} Pa permet l'étalonnage de manomètres à ionisation de type cathode chaude dont le signal de sortie est une indication de la pression totale et dont la sensibilité dépend de la nature des gaz présents dans l'enceinte, qui proviennent du dégazage permanent des parois internes. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés uniquement à l'azote. Le mesurande est donc l'écart d'étalonnage du manomètre pour l'azote. Dans l'enceinte du LCM, la pression limite n'est pas très bien connue. Les manomètres à ionisation de référence indiquent habituellement une pression limite de l'ordre de 1 à 2×10^{-7} Pa, lorsqu'il n'y a aucune injection d'azote. Une analyse des gaz résiduels a été effectuée à l'aide d'un spectromètre de masse à quadripôles MKS Microvision+ afin d'examiner quels étaient les constituants présents au vide limite de l'enceinte. Un spectre est présenté en figure 12.

Cette analyse est uniquement qualitative, mais elle peut être reproduite pour s'assurer qu'il n'y a pas de variation significative de la composition gazeuse résiduelle dans le temps. Les constituants majoritaires sont issus de la vapeur d'eau (masses 17 et 18) malgré l'étuvage préalable de l'enceinte. Ceci montre que le processus d'étuvage peut être amélioré, par exemple les raccords montés sur les piquages de l'enceintes sont moins chauffés que les volumes du fait de l'arrangement des cordons chauffants sur l'enceinte (fig. 4).

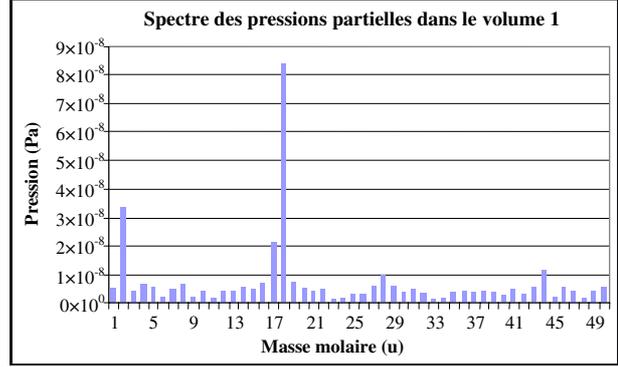


Fig. 12. – Analyse des gaz résiduels dans le *Volume 1* au vide limite de l'enceinte d'étalonnage ; Le pic maximum pour la masse 18 correspond à la vapeur d'eau (H_2O).

Les notices d'utilisation des manomètres à cathode chaude du département donnent la correction de lecture à apporter pour différents gaz par rapport au gaz de référence qui est l'azote. Il convient de retrancher environ 10 % à la valeur lue au vide limite si l'on considère la vapeur d'eau majoritaire. Cependant, si l'indication du manomètre est entachée d'un décalage en zéro, un doute subsiste quant à la pression résiduelle. Nous avons considéré un talon d'incertitude de $1,0 \times 10^{-7}$ Pa avec la méthode de raccordement actuelle due à la méconnaissance de la pression limite ; nous le conservons dans l'incertitude sur la pression de référence avec la méthode de l'expansion continue.

6.5. Mesure de la pression de référence

La propagation des variances à partir de l'équation (6) donne :

$$\begin{aligned} \left(\frac{u(p_r)}{p_r} \right)^2 &= \left(\frac{u(C_V)}{C_V} \right)^2 + \left(\frac{u(Q_{Cv})}{Q_{Cv}} \right)^2 + \left(\frac{u(R_p)}{R_p - 1} \right)^2 \\ &+ C_1 + C_2 + C_3, \end{aligned} \quad (23)$$

avec :

$$C_1 = -2 \times \left(\frac{u(C_V)}{C_V} \right) \times \left(\frac{u(Q_{Cv})}{Q_{Cv}} \right) \times \rho(C_V; Q_{Cv}), \quad (24)$$

$$C_2 = 2 \times \left(\frac{u(C_V)}{C_V} \right) \times \left(\frac{u(R_p)}{R_p - 1} \right) \times \rho(C_V; R_p) \quad (25)$$

et

$$C_3 = -2 \times \left(\frac{u(Q_{Cv})}{Q_{Cv}} \right) \times \left(\frac{u(R_p)}{R_p - 1} \right) \times \rho(Q_{Cv}; R_p). \quad (26)$$

Les coefficients de corrélation $\rho(C_V; Q_{Cv})$, $\rho(C_V; R_p)$ et $\rho(Q_{Cv}; R_p)$ ont été déterminés expérimentalement :

$$\rho(C_V; Q_{Cv}) = 0, \quad \text{soit } C_1 = 0;$$

$$\rho(Q_{Cv}; R_p) = 0, \quad \text{soit } C_3 = 0.$$

Tableau 4

Estimation des écarts de linéarité du manomètre HCGx obtenus par la comparaison circulaire entre trois manomètres à ionisation de référence en juillet 2012.

Comparaison circulaire ; $k_{HCGx1} = 0,926$ Pa/Pa				
Pression de référence Pa	Lecture HCGx corrigée de k_{HCGx2} Pa	Répétabilité %	Écart de linéarité %	Incertitude sur l'écart de linéarité %
$1,18 \times 10^{-6}$	$1,39 \times 10^{-6}$	3,5	18	15
$2,15 \times 10^{-6}$	$2,34 \times 10^{-6}$	1,9	9	10,4
$5,10 \times 10^{-6}$	$5,25 \times 10^{-6}$	1,0	3,0	7,3
$7,50 \times 10^{-6}$	$7,63 \times 10^{-6}$	0,71	1,6	6,5
$1,03 \times 10^{-5}$	$1,05 \times 10^{-5}$	0,64	1,3	6,1
$1,80 \times 10^{-5}$	$1,82 \times 10^{-5}$	0,92	0,9	5,9
$4,98 \times 10^{-5}$	$5,02 \times 10^{-5}$	0,57	0,9	5,3
$7,10 \times 10^{-5}$	$7,16 \times 10^{-5}$	0,42	0,8	5,2
$1,06 \times 10^{-4}$	$1,07 \times 10^{-4}$	0,78	0,9	5,4
$1,83 \times 10^{-4}$	$1,83 \times 10^{-4}$	0,27	0,3	5,1
$4,86 \times 10^{-4}$	$4,86 \times 10^{-4}$	0,37	0,0	5,1
$6,93 \times 10^{-4}$	$6,94 \times 10^{-4}$	0,40	0,2	5,1
$1,01 \times 10^{-3}$	$1,01 \times 10^{-3}$	0,22	0,1	5,1

Pour $\rho(C_v; R_p)$, il ne s'est pas dégagé de tendance. Les tests statistiques effectués sur les jeux de données disponibles indiquent huit fois sur dix que les termes C_v et R_p sont indépendants et dans les deux autres cas que la corrélation entre eux est négative. Il paraît alors pertinent de statuer :

$$\rho(C_v; R_p) = 0, \quad \text{soit } C_2 = 0.$$

Compte tenu des incertitudes sur Q_{Cv} , C_v et R_p calculées (§ 6.1, 6.2 et 6.3) et du talon de $1,0 \times 10^{-7}$ Pa (cf. § 6.4), nous obtenons une incertitude sur la pression de référence, en azote, déterminée avec la méthode de l'expansion continue estimée à :

$$U(p_r) = 1,0 \times 10^{-7} \text{ Pa} + 1,4 \times 10^{-2} \times p_r. \quad (27)$$

7. Comparaison de l'expansion continue avec la méthode actuelle

7.1. Objectif de la comparaison

Lorsqu'un manomètre est étalonné en vide secondaire, un ensemble de manomètre (HCG/SRG) est utilisé pour définir la pression de référence comprise entre 10^{-6} et 10 Pa.

La comparaison des lectures des deux instruments entre 10^{-4} et 10^{-3} Pa permet de déterminer le coefficient de correction linéaire k_{HCG} du manomètre à ionisation. Il s'agit d'un étalonnage *in situ* du manomètre HCG. La pression de référence est alors définie entre 10^{-6} et 2×10^{-4} Pa par la lecture corrigée du manomètre HCG (i.e. lecture du manomètre multipliée par k_{HCG}) et entre 2×10^{-4} et 10 Pa par la lecture du manomètre SRG. Puisqu'on s'affranchit de la dérive du manomètre HCG par l'étalonnage *in situ*, la principale source d'incertitude sur la pression de référence dans la partie inférieure de la gamme est alors l'écart de linéarité du manomètre HCG.

L'écart de linéarité entre 10^{-6} à 10^{-3} Pa de chaque manomètre de référence est évalué périodiquement à l'aide d'une comparaison circulaire avec deux autres manomètres de référence disponibles. Pour cela, la pression de référence de la comparaison circulaire est définie comme la moyenne des trois lectures des manomètres HCG corrigées de leur coefficient k_{HCG} respectif. L'écart de linéarité d'un manomètre HCG donné est la différence entre la pression de référence et sa lecture corrigée.

L'intérêt de l'étalonnage de nos manomètres avec la méthode d'expansion continue est de comparer les écarts de linéarité déterminés d'une manière primaire avec ceux évalués à l'aide de la comparaison circulaire. Lors de l'étalonnage du manomètre HCGx par l'expansion continue, un étalonnage *in situ* est effectué en complément à l'aide du manomètre SRG2 (cf. fig. 9) afin de déterminer le coefficient de linéarité k_{HCGx} au temps de l'étalonnage.

7.2. Résultats

Dans le tableau des résultats d'étalonnage du manomètre à cathode chaude HCGx par la méthode d'expansion continue (tab. 5), la lecture de l'instrument est multipliée, à chaque palier de pression, par le coefficient correctif k_{HCGx2} , obtenu par l'étalonnage *in situ* du manomètre HCGx à l'aide du manomètre SRG2. Les écarts d'étalonnage correspondent donc à des écarts de linéarité que l'on peut comparer à ceux obtenus avec la méthode actuelle de comparaison circulaire, reportés dans le tableau 4. Lors de cette comparaison circulaire, le coefficient de correction était k_{HCGx1} . Les incertitudes d'étalonnage mentionnées dans ces deux tableaux tiennent compte de la répétabilité des écarts estimée sur trois cycles de mesure.

Les écarts de linéarité du manomètre HCGx sont représentés pour chaque méthode d'étalonnage sur les figures 13 et 14. Lorsque la pression de référence est supérieure à 1×10^{-5} Pa, les écarts de linéarité sont équivalents pour les deux méthodes (fig. 14). Entre 1×10^{-6} et

Tableau 5

Détermination des écarts de linéarité du manomètre HCGx par étalonnage à l'aide de la méthode d'expansion continue en septembre 2012.

Expansion continue avec $R_p = 81$; $k_{HCGx2} = 0,953$ Pa/Pa				
Pression de référence Pa	Lecture HCGx corrigée de k_{HCGx2} Pa	Répétabilité %	Écart de linéarité %	Incertitude sur l'écart de linéarité %
$9,51 \times 10^{-7}$	$1,35 \times 10^{-6}$	5,9	42	17
$1,74 \times 10^{-6}$	$2,16 \times 10^{-6}$	4,8	24	12
$4,88 \times 10^{-6}$	$5,27 \times 10^{-6}$	1,2	8	4,2
$6,85 \times 10^{-6}$	$7,23 \times 10^{-6}$	0,73	6	3,2
$1,02 \times 10^{-5}$	$1,05 \times 10^{-5}$	0,84	3,6	3,0
$2,03 \times 10^{-5}$	$2,05 \times 10^{-5}$	0,29	1,0	2,0
$5,03 \times 10^{-5}$	$5,00 \times 10^{-5}$	0,61	-0,7	2,0
$7,04 \times 10^{-5}$	$7,04 \times 10^{-5}$	0,59	-0,1	1,9
$1,02 \times 10^{-4}$	$1,02 \times 10^{-4}$	0,15	-0,2	1,6
$2,02 \times 10^{-4}$	$2,00 \times 10^{-4}$	0,32	-0,9	1,6
$4,97 \times 10^{-4}$	$4,94 \times 10^{-4}$	0,47	-0,4	1,7
$7,18 \times 10^{-4}$	$7,21 \times 10^{-4}$	0,54	0,5	1,8
$1,10 \times 10^{-3}$	$1,09 \times 10^{-3}$	0,40	-0,4	1,7

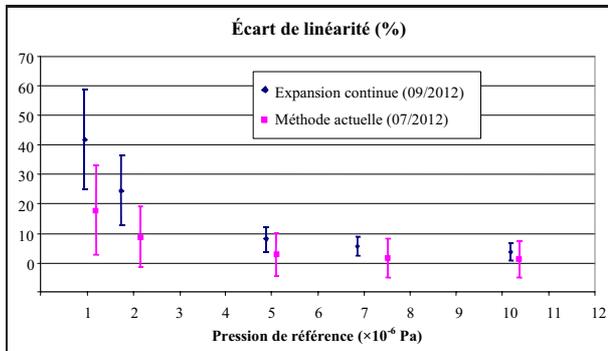


Fig. 13. – Comparaison des écarts de linéarité du manomètre HCGx obtenus avec la méthode actuelle de comparaison circulaire d'une part et par la méthode d'expansion continue d'autre part, pour une pression de référence comprise entre 1×10^{-6} Pa et 1×10^{-5} Pa ; les barres verticales représentent les valeurs de l'incertitude élargie ($k = 2$).

1×10^{-5} Pa, l'équivalence des écarts devient moins nette pour les deux premiers points d'étalonnage à 1×10^{-6} Pa et 2×10^{-6} Pa (fig. 14). Néanmoins, le manomètre HCGx a un décalage en zéro qui augmente de 1 à 2×10^{-7} Pa par an, ce qui représente 10 % à 20 % en valeur relative à la pression de 1×10^{-6} Pa ; il est possible que celui-ci ait varié entre les deux étalonnages effectués à deux mois d'intervalle.

8. Conclusion

La méthode d'expansion continue a été mise en œuvre avec succès au LNE-LCM. L'incertitude élargie ($k = 2$) sur la pression absolue p dans la gamme comprise entre 10^{-6} Pa et 10^{-3} Pa a été estimée à $1,4 \times 10^{-2} \times p + 1 \times 10^{-7}$ Pa, c'est-à-dire au-delà de l'objectif initial espéré. Une comparaison bilatérale avec un laboratoire national de métrologie est envisagée afin de valider

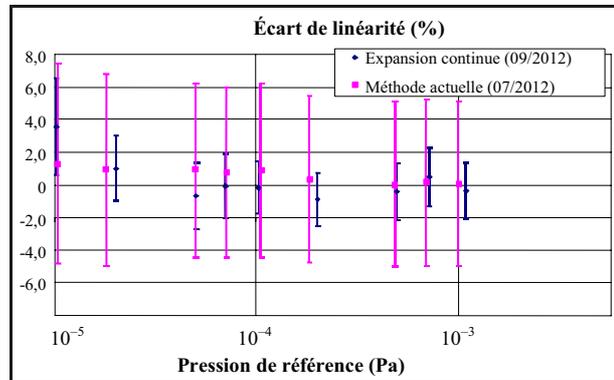


Fig. 14. – Comparaison des écarts de linéarité du manomètre HCGx obtenus avec la méthode actuelle de comparaison circulaire d'une part et par la méthode d'expansion continue d'autre part, pour une pression de référence comprise entre 1×10^{-5} Pa et 1×10^{-3} Pa ; les barres verticales représentent les valeurs de l'incertitude élargie ($k = 2$).

ces incertitudes et les publier dans la base de données (KCDB) du Bureau international des poids et mesures.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier Alexandre Allard du département « Mathématiques et statistiques » du LNE pour l'analyse de la covariance entre les mesures de la conductance C_p et le rapport de pression R_p .

Références

- [1] JOUSTEN K., "Handbook of Vacuum Technology", Wiley-VCH, Weinheim (Allemagne), Section 15.2 "Calibration of vacuum gauges", 2008, 688-709.
- [2] BARON F., « Contribution à la métrologie des très basses pressions absolues », *Mémoire d'ingénieur, Conservatoire national des arts et métiers de Paris*, 2002, 87 p.

- [3] BOINEAU F., « Étude, réalisation et caractérisation métrologique d'un fluxmètre gazeux à pression constante », *Mémoire d'ingénieur, Conservatoire national des arts et métiers, Paris*, 2011, 97 p.
- [4] GUILLOU J., « Mise en œuvre de l'expansion continue pour le raccordement en basses pressions absolues du μPa au mPa », *Mémoire d'ingénieur, Conservatoire national des arts et métiers, Paris*, 2013, 139 p.
- [5] <http://kcdb.bipm.org>, consulté le 15/01/2013.
- [6] GORDON LIVESEY R., "Foundations of vacuum science and technology", *John Wiley and sons Inc., NewYork*, chapitre 12 "Calibration and standards", 1998, 665-670.
- [7] FEDCHAK J.A. et DEFIBAUGH D.R., "Long-term stability of metal envelope enclosed Bayard-Alpert ionization gauges", *J. Vac. Sci. Technol. A*, **30**, 6, 2012, 061601, 7 p.
- [8] LIVESEY R. GORDON, "Foundations of vacuum science and technology", *John Wiley and sons Inc., NewYork*, chapitre 2 "Flow of gases through tubes and orifices", 1998, 85-105.
- [9] BOINEAU F., "Characterization of the LNE constant pressure flowmeter for the leak flow rates measurements with reference to vacuum and atmospheric pressure", *PTB Mitteilungen*, **121**, 2011, 313-316.
- [10] BOINEAU F. et OTAL P., « Réalisation d'une référence primaire pour la mesure de flux gazeux entre $4 \times 10^{-12} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ et $4 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{s}^{-1}$ », *Revue française de métrologie*, **24**, 2010, 35-51.

Article reçu le 29 novembre 2013, version révisée reçue le 5 septembre 2014.